Ver. 1.07

マイクロ熱脱着サンプラー

(P/N PY1-1060)

取扱説明書

フロンティア・ラボ 株式会社
www.frontier-lab.com

ご使用の前に

1. フロンティア・ラボ製マイクロ熱脱着サンプラーをお買い上げ頂きまして、誠にありがとうございます。本装置の性能を十分に発揮させるために、ご使用前に本取扱説明書をお読みください。
2. この取扱説明書は、マイクロ熱脱着サンプラーにおける一般的な事項、装置の操作、メインテナンス、故障診断、その他関連項目を記載しております。実際のご使用には、関連する弊社製品、ならびに各社の GC や GC/MS の取扱説明書も併せてご参照ください。

製品保証規定

フロンティア・ラボは、弊社製品の故障・不具合について、別紙の製品保証規定に従い保証します。製品保証規定は、弊社ホームページからもご覧いただけます。

製品のサポート期限

弊社製品の消耗部品、保守部品の供給ならびに点検・修理などのサポート期限は、原則として、製品の販売終了後 **7 年間**となっております。但し、部品の製造メーカーから購入している電子部品等については、これらのメーカーの製造中止後の対応ならびに弊社で確保した在庫の変動などにより製品の販売終了後 7 年以内であっても保守部品の供給ができなくなる場合があります。

安全な取り扱いについて

本製品を正しく安全に取り扱うため、本製品の操作にあたっては本書の安全注意事項を必ずお守りください。本書で指定していない方法で使用した場合は、本製品の保護機能が損なわれることがあります。なお、これらの注意に反した使用により生じた障害については、フロンティア･ラボ株式会社は一切の責任を負いかねます。

警告表示の分類

本取扱説明書および製品には、以下の警告や注意の表示(又はラベル)が貼付されています。これらの表示がある場合に誤った取り扱いをすると、身体および製品に重大な危険を生ずる可能性がある事を示しています。

警告や注意の表示は以下のように使い分けています。これらの表示の内容をよく理解し、指示を守ってください。

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が死亡又は重症を負う可能性があると思われる事項を示しています。

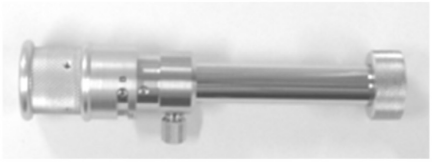
この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が障害を負うことが想定される内容、および物的損害の発生が想定される事項を示しています。

その他、取り扱い上重要な情報は [　　] で囲って表示します。

マイクロ熱脱着サンプラー梱包内容物リスト

梱包内容物を据え付け前にご確認ください。 万が一以下のリストと内容物が異なる、あるいは欠品がある場合は、お手数ですがご購入された代理店までご連絡ください。

PY1-1060 □



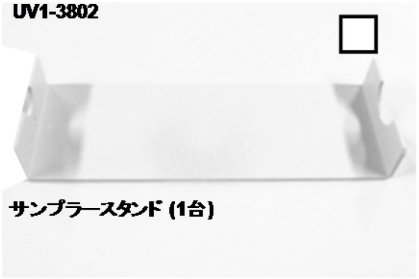
マイクロ熱脱着サンプラー (1式)

PY1-7052 □

マニュアル CD (PDF) □

検査成績書 □

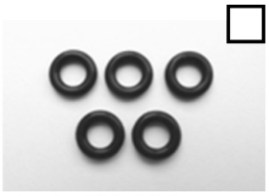
UV1-3802 □



サンプラースタンド (1台)

PY1-1060 PARTS BOX

□



オーリングS4 (5個)
(Re-order:UV1-7701、10個入り)

PY1-5210 □

Tenax充てん済み捕集管 (3本)

PY1-5220 □

ブランク捕集管 (5本)

目次

ご使用の前に …… A-2
製品保証規約 …… A-2
製品サポート期限について …… A-2
安全な取り扱いについて …… A-3
梱包内容物リスト …… A-4
目次 …… A-5
第 1 章 マイクロ熱脱着サンプラーについて …… 1-1
1.1 マイクロ熱脱着サンプラーの機能について …… 1-1
第 2 章 仕様 …… 2-1
2.1 取り付け可能なパイロライザー …… 2-1
2.2 捕集管 …… 2-1
2.3 吸着剤 …… 2-1
第 3 章 サンプラーの構造および名称 …… 3-1
3.1 サンプラーの構造 …… 3-1
3.2 キャリヤーガス流路の自動切替え …… 3-2
第 4 章 捕集管の準備 …… 4-1
4.1 吸着剤または固体試料の充填 …… 4-1
4.2 捕集管を使用した捕集方法の例 …… 4-1
第 5 章 熱脱着分析の操作手順 …… 5-1
5.1 試料の準備 …… 5-1
5.2 捕集管のサンプラーへの取り付け …… 5-1
5.3 サンプラーのパイロライザーへの取り付け …… 5-2
5.4 熱脱着分析 …… 5-3
5.5 サンプラーの取り外し …… 5-5
5.6 分析例 …… 5-5
第 6 章 性能確認 …… 6-1
第 7 章 トラブルシューティング …… 7-1
消耗部品リスト …… Appendix-1

第 1 章 マイクロ熱脱着サンプラーについて

1.1 マイクロ熱脱着サンプラーの機能について

多機能熱分解装置を用いて、気体中の揮発性成分を各種の吸着剤を用いて捕集した後に、熱脱着分析を行うためのサンプラーです。

固相抽出素子 (マジックケミソーバー L100 のみ) により捕集した成分の熱脱着にも使用できます。

また、100 mg 程度の固体試料を熱脱着管に入れて、微量添加剤や残留溶媒を熱脱着することも可能です。

第 2 章 仕様

2.1 取り付け可能なパイロライザー

マルチショット・パイロライザー (EGA/PY-3030D)

ダブルショット・パイロライザー(PY-2020iD*)

シングルショット・パイロライザー (PY-3030S , PY-2020iS*)

* PY-2020iD と PY-2020iS シリーズは、加熱炉サンプラーベース部の改造が必要となります。

2.2 捕集管

内径 2 mm, 外径 4 mm, 長さ 85 mm, パイレックスガラス製

2.3 吸着剤

Tenax, 60 - 80 mesh, 最高使用温度：350ºC

第 3 章 サンプラーの構造および名称

3.1 サンプラーの構造

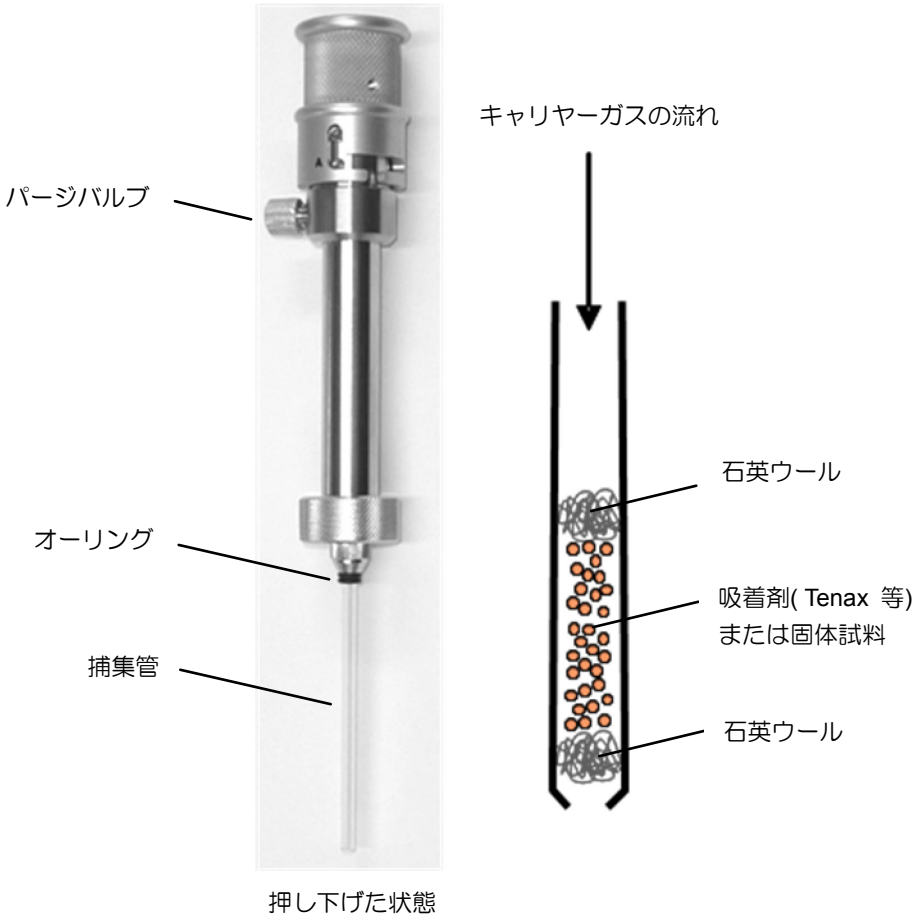


Fig. 3.1 サンプラーの構造および名称

3.2 キャリヤーガス流路の自動切換え

マイクロ熱脱着サンプラーをパイロライザーに取り付けた時の、キャリヤーガス流路の自動切換えについて説明します。

パイロライザーにサンプラーを取り付け、サンプラーを引き上げた状態では、キャリヤーガスはサンプラーベースの横から、石英熱分解管へと流れます (Fig. 3.2 左)。サンプラーを押し下げた状態では、キャリヤーガスは捕集管内を流れます (Fig. 3.2 右)。

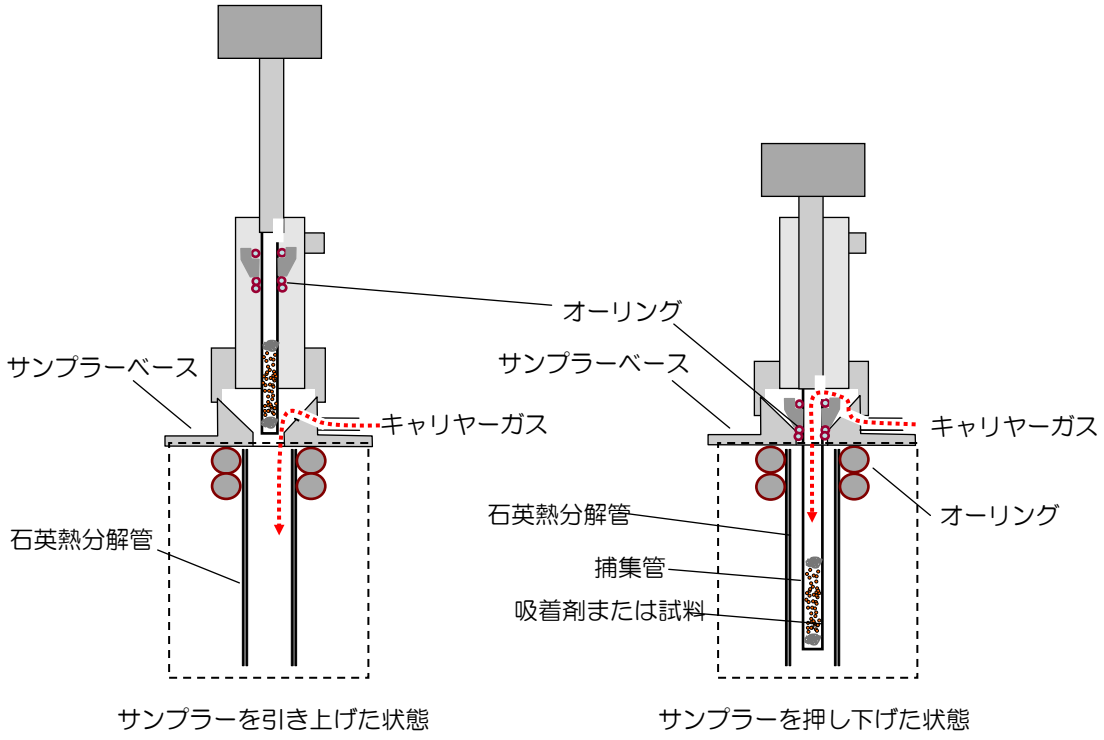


Fig. 3.2 キャリアガス流路の切換え

第 4 章 捕集管の準備

吸着剤または試料の捕集管への充填方法と捕集方法について説明します。

4.1 吸着剤または固体試料の充填

（1）吸着剤または固体試料をご用意ください。

(2)石英ウールの間に吸着剤または固体試料を、捕集管の下端から 3 cm 程度の範囲内になるように詰めます。

（3）吸着剤は、捕集・分析を行う前に空焼きを行ってください。

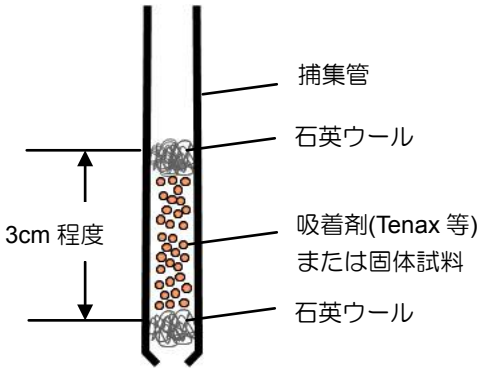


Fig. 4.1 吸着剤の充填

4.2 捕集管を使用した捕集方法の例

気体中の揮発性成分の分析例として、水溶液のヘッドスペースガスの捕集方法を Fig. 4.2 に示します。 試料水溶液の入った密閉容器内に、ヘリウムガスを流入させることによりヘッドスペースガスを押し出し、吸着剤を充填した熱脱着管を通過させることにより、ヘッドスペースガスに含まれる揮発性成分を捕集します。
その後、Fig. 5.1 に示すように、サンプラーに取り付けて分析します。

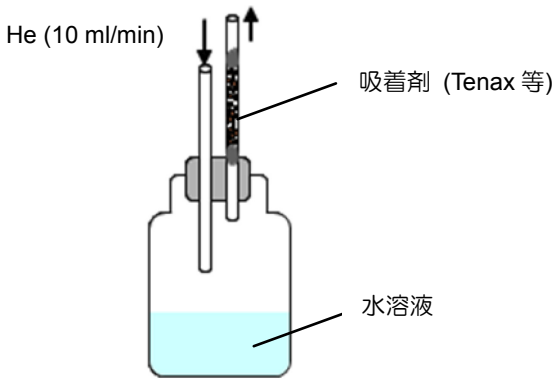


Fig. 4.2 吸着剤を用いた揮発性成分の捕集例

第 5 章 熱脱着分析の操作方法

サンプラーを使用した分析手順を説明します。

5.1 試料の準備

捕集管内の吸着剤に揮発性成分をトラップさせます。
固体試料を熱脱着する場合には試料を充填してください。

5.2 捕集管のサンプラーへの取り付け

Fig. 5.1 (a)に示すように、サンプラー上部スライド部を押し下げ、”A“ の表記があるスリット側に固定します。
オーリングとナットを Fig. 5.1 (b) の様に捕集管につけて、ナットを回してサンプラーに固定してください。

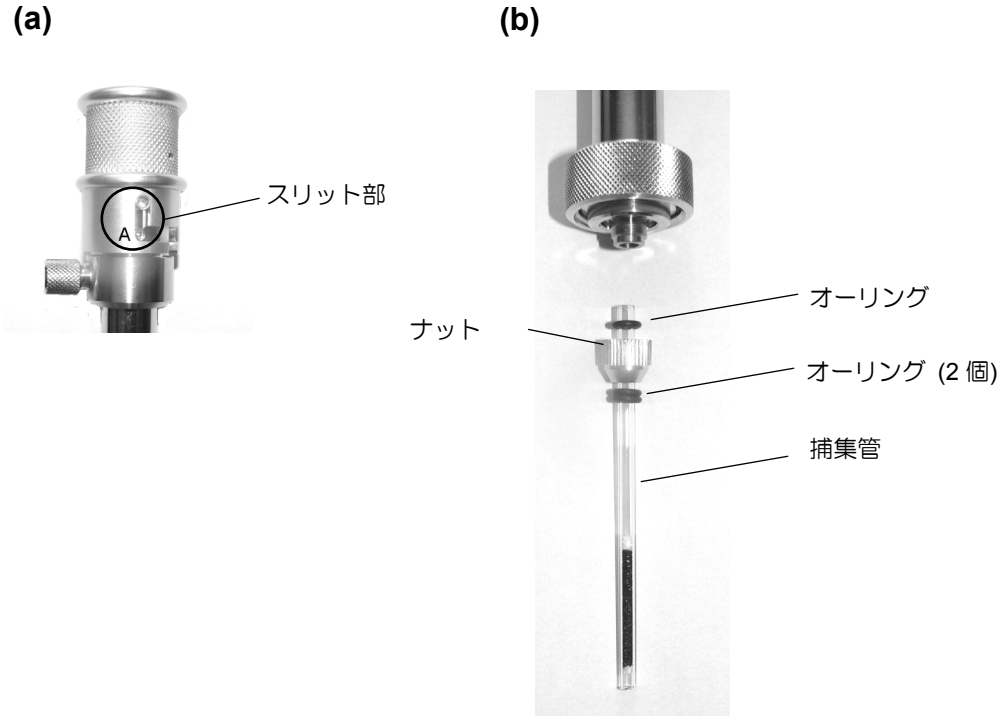


Fig. 5.1 (a) サンプラー上部スライド部の固定
(b) オーリングおよびナットの捕集管への取り付け

5.3 サンプラーのパイロライザーへの取り付け

サンプラーの上部スライド部を引き上げた状態（Fig 5. 2 左）にして、パイロライザーに取り付けます。

Fig. 5.2 サンプラー上部を引き上げた状態（左）と押し下げた状態（右）

パージバルブを開けて、空気をパージします。死空間のパージをするために、サンプラーの側部空気パージナットを緩め、約 2 分後に再び閉じてください。

5.4 熱脱着分析

サンプラー先端を加熱炉に押し下げて挿入後、加熱炉を昇温し、吸着剤から揮発性成分を熱脱着させて、GC 分析を行います。パイロライザーの制御は、コントロールソフトにて Double-Shot Analysis の熱脱着分析法をご使用ください。設定の詳細は、パイロライザーのマニュアルをご参照ください。この際、分離カラム先端で揮発性成分をトラップさせるには、マイクロジェット・クライオトラップが有効です。

注意

パイロライザーの加熱炉の温度は 400ºC (または吸着剤の最高使用温度) 以上に設定しないでください。捕集管 (パイレックスガラス) が熱分解炉中で変形することがあります。

以下に、マイクロジェット・クライオトラップを用いた熱脱着分析の手順を示します。

(1) パイロライザーのコントロールソフトにて Double-Shot Analysis を選択します。
(2) 熱脱着条件を入力します。熱分解 (PY) のチェックボックスをはずしておきます。
(3) コントロールソフトにて [Start] ボタンを押してください。
(4) GC、加熱炉、インターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備ができるとスタートダイアログボックスが表示されます。
(5) サンプラー先端を加熱炉に押し下げて挿入します。 自動的に流路が換わり、キャリヤーガスが熱脱着管内に流れます。スライド部が注入口の圧力で押し上げられないようにスリット部を回転して、”B ” と表記されている側で固定します（Fig. 5.3)。

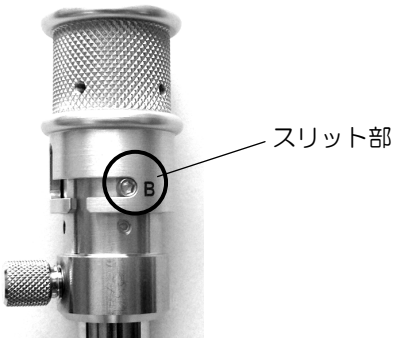


Fig. 5.3　サンプラー上部 スライド部の固定

(6) スタートダイアログボックス中の [Start] ボタンをクリックするか、PC キーボードの [Enter] キーを押してください。熱脱着の昇温プログラムが実行されます。
(7) 熱脱着昇温プログラムが終了すると GC がスタートし、GC 分析を開始します。

以下に、液体窒素を入れたデュアーにカラム先端部を浸清して、揮発性成分を捕集する場合の熱脱着分析の手順を示します。この方法では GC オーブンを開けた状態で冷却捕集するために、GC の Ready 信号が検出できない場合がありますので、リモートケーブルを外してご使用ください。

(1) パイロライザーのコントロールソフトにて Double-Shot Analysis を選択します。
(2) 熱脱着条件を入力します。熱分解(PY)のチェックボックスをはずしておきます。
(3) 液体窒素を入れたデュアーにカラム先端部を浸漬し、冷却捕集の準備をします。

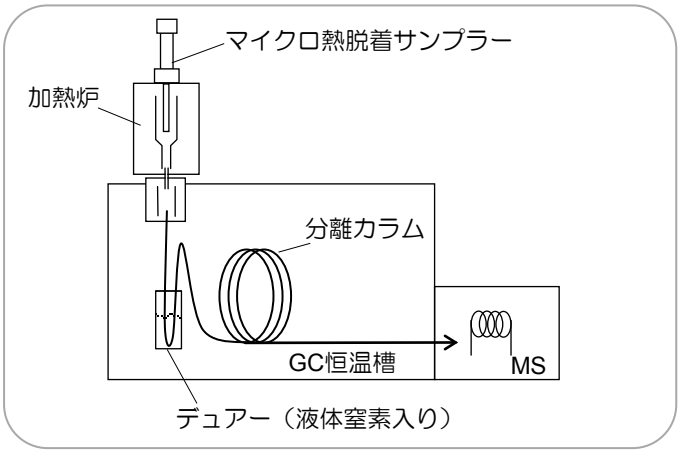


Fig. 5.4 液体窒素入りデュアーによる冷却捕集

(4) コントロールソフトにて [Start] ボタンを押すと、スタートダイアログボックスが表示されます。
(5) サンプラー先端を加熱炉に押下げて挿入します。 自動的に流路が換わり、キャリヤーガスが熱脱着管内に流れます。スライド部が注入口の圧力で押し上げられないようにスリット部を回転して固定します（Fig. 5.3）。
(6) スタートダイアログボックス中の [Start] ボタンをクリックするか PC キーボードの [Enter] キーを押してください。熱脱着の昇温プログラムが実行されます。
(7) 熱脱着昇温プログラムが終了後、液体窒素のデュアーから分離カラムを取り出し、GC を手動でスタートし、GC 分析を開始します。

5.5 サンプラーの取り外し

GC 分析が終了し、GC オーブン温度が下がったら、サンプラーを取り外します。サンプラー先端部が冷えた後に捕集管をはずします。

注意　サンプラー先端部は、高温になっていますので、取り扱いにご注意ください。

5.6 分析例

気体中の揮発性成分の分析例として、アミルアルコールとベンズアルデヒドの各 20 ppm 水溶液（5 ml）のヘッドスペースガスの捕集・分析した結果を Fig. 5.5 に示します。

Fig. 4.2 に示す方法で、試料水溶液の入った密閉容器内に、He ガス（10 ml/min）を流入させることによりヘッドスペースガスを押出し、吸着剤を充填した熱脱着管を通過させることにより、ヘッドスペースガスに含まれる揮発性成分を捕集した後、熱脱着分析で揮発性成分を分析します。

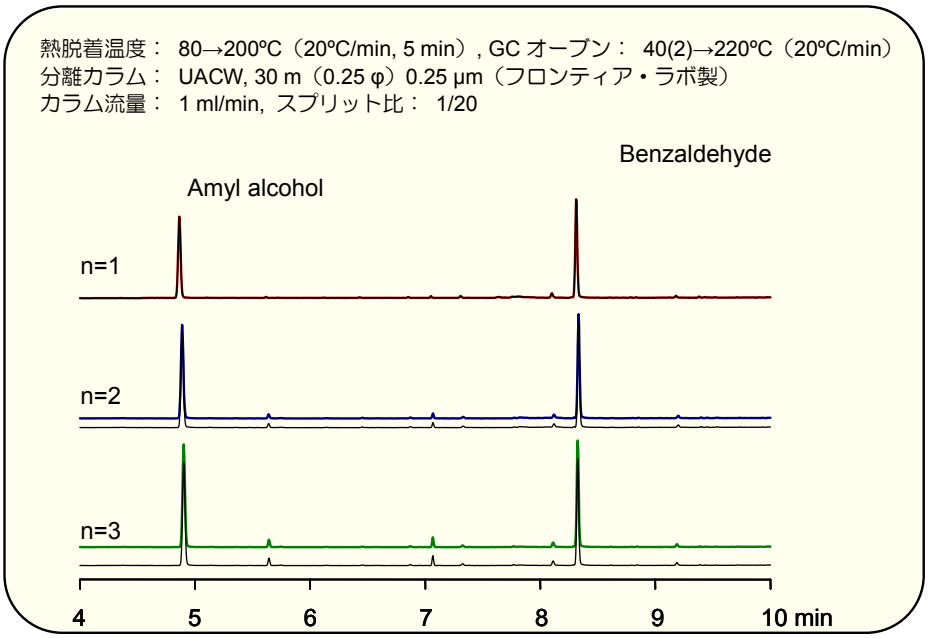


Fig. 5.5　吸着剤により捕集した揮発性成分の繰返し測定結果

第 6 章 性能確認

* 性能確認に用いる 2 µl のベンズアルデヒド水溶液（0.05 %）をお客様ご自身で調製してください。

マイクロシリンジを用いて、2 µl のベンズアルデヒド水溶液（0.05 %）を、Tenax 捕集管の先端部から注入します（Fig. 6.1）。

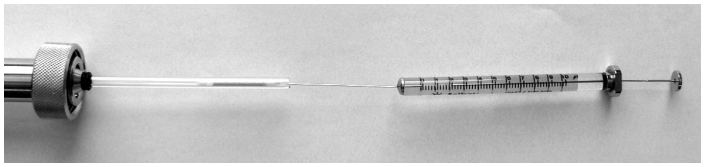


Fig. 6.1　試料の注入

熱脱着サンプラーをパイロライザーに取り付け、以下の分析条件で熱脱着-GC 分析を行います。

分析条件

熱脱着温度*：　50 (2 min)→200ºC（20ºC/min, 5 min）液体窒素にて捕集

GC オーブン：　40 (2)→160ºC（20ºC/min, 0 min）

分離カラム：　UA5, 30 m（0.25 φ）0.25 µm（フロンティア・ラボ製）

カラム流量：　1 ml/min, スプリット比： 1/20

*シングルショットの場合は、熱脱着温度条件を 200ºC（5 min）にしてください。

Fig. 6.2 に示すように、ベンズアルデヒドのピークが観測されることを確認してください。

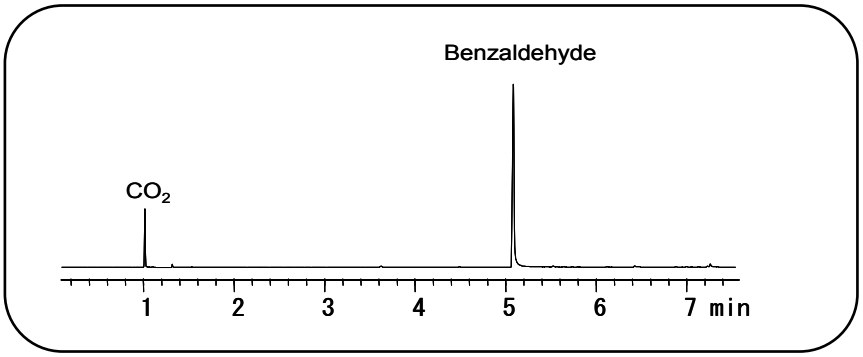


Fig. 6.2 試料の熱脱着 GC 分析によるクロマトグラム (GC/MS 使用)

第 7 章 トラブルシューティング

この章では、マイクロ熱脱着サンプラー使用時のトラブルの症状と、それらに対する対策について説明します。各現象は、GC/MS に原因が由来する可能性もありますので、それらの取扱説明書もあわせてご参照ください。対策を講じても問題が解決しない場合や、ここに述べられていない現象や故障が発生した場合は、弊社代理店または、弊社宛にご連絡ください。

現象	原因	対策
余分なピークが観測される	吸着剤が汚染されている	吸着剤を空焼きする

消耗部品リスト

名称	部品番号	備考
Tenax 充てん捕集管	PY1-5210	Tenax 充てん、エージング済、3 本入り
ブランク捕集管	PY1-5220	ブランク、洗浄済、5 本入り
オーリング S4	UV1-7701	10 個入り